

# PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 2000-128563

(43)Date of publication of application : 09.05.2000

(51)Int.Cl.

C03B 37/014  
// G02B 6/00

(21)Application number : 10-303433

(71)Applicant : SUMITOMO ELECTRIC IND LTD

(22)Date of filing : 26.10.1998

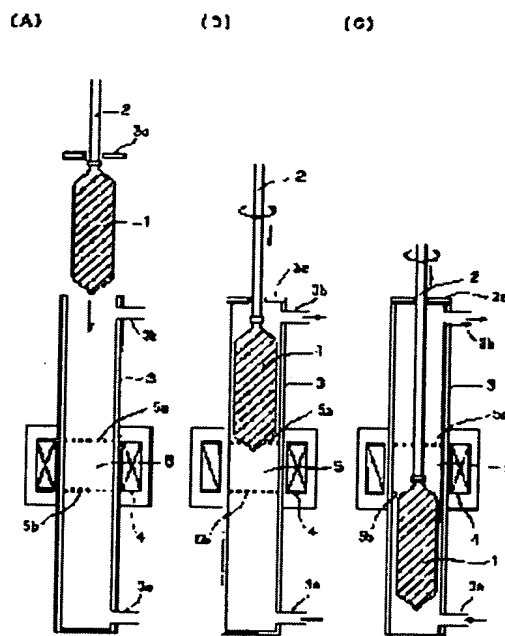
(72)Inventor : WATANABE MORIO  
TAKAHASHI YUJI  
YONEDA MICHIFUMI  
DANZUKA TOSHIO

## (54) DEHYDRATION TREATMENT OF POROUS PREFORM FOR OPTICAL FIBER

(57)Abstract:

**PROBLEM TO BE SOLVED:** To make the variation of specific refractive index difference in the longitudinal direction of a preform produced from a porous preform within the maximum permissible limit by making change of thermal history in the longitudinal direction of the porous preform small in the dehydration treating process so as to make the dispersion in volatilization of a dopant for controlling refractive index in the longitudinal direction of the porous preform small.

**SOLUTION:** In this method for dehydration treatment of a porous preform in which an optical fiber porous preform 1 is passed through a heating zone 5 in a furnace tube 3 heated by a ring-shaped heater 4 while using a heating furnace equipped with the furnace tube 3 and the heater 4 provided around the furnace tube 3, the dehydration treatment is carried out by, when the end of the porous preform 1 approaches to the vicinity of the entrance 5a of the heating zone heated by the heater 4, once stopping movement of the porous preform 1, and, after a prescribed time, again moving the porous preform 1 and passing through the heating zone 5 at a prescribed speed, in the exit direction of the heating zone.



## LEGAL STATUS

[Date of request for examination] 28.08.2001

[Date of sending the examiner's decision of rejection] 25.04.2006

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

(19) 日本国特許庁 (JP)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開 2000-128563

(P 2000-128563 A)

(43) 公開日 平成12年5月9日 (2000. 5. 9)

(51) Int. Cl. <sup>7</sup>	識別記号	F I	テ-マコト* (参考)
C 03 B 37/014		C 03 B 37/014	Z 4G021
// G 02 B 6/00	3 5 6	G 02 B 6/00	3 5 6 A

審査請求 未請求 請求項の数 3

OL

(全 5 頁)

(21) 出願番号 特願平10-303433

(22) 出願日 平成10年10月26日 (1998. 10. 26)

(71) 出願人 000002130

住友電気工業株式会社

大阪府大阪市中央区北浜四丁目5番33号

(72) 発明者 渡辺 守生

神奈川県横浜市栄区田谷町1番地 住友電

気工業株式会社横浜製作所内

(72) 発明者 高橋 祐司

神奈川県横浜市栄区田谷町1番地 住友電

気工業株式会社横浜製作所内

(74) 代理人 100078813

弁理士 上代 哲司 (外2名)

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 光ファイバ用多孔質母材の脱水処理方法

(57) 【要約】

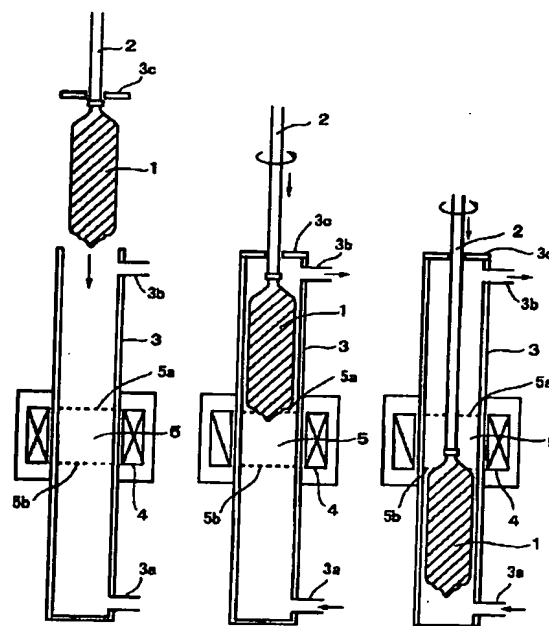
【課題】 脱水処理工程での多孔質母材の長手方向の熱履歴の変化を小さくすることによって屈折率調整用ドーパントの多孔質母材の長手方向での揮散のバラツキを小さくし、その多孔質母材から製造されるプリフォームの比屈折率差の長手方向の変化を許容限界以内にする。

【解決手段】 炉心管 3 とそれを周回するリング状のヒータ 4 を備えた加熱炉を使って前記ヒータ 4 による前記炉心管 3 内の加熱ゾーン 5 に光ファイバ用多孔質母材 1 を通過させて該多孔質母材を脱水処理する方法であって、前記多孔質母材 1 の先端が前記ヒータ 4 による加熱ゾーンの入口 5 a 付近にかかったところで前記多孔質母材の移動を一旦停止させ、予め定めた時間が経過した後移動を再開して該多孔質母材 1 を前記加熱ゾーンの出口 5 b 方向に向かって予め定めた速度で該加熱ゾーン 5 内を通過させて、脱水処理を行なう。

(A)

(B)

(C)



## 【特許請求の範囲】

【請求項 1】 炉心管とそれを周回するリング状のヒータを備えた加熱炉を使って前記ヒータによる前記炉心管内の加熱ゾーンに光ファイバ用多孔質母材を通過させて該多孔質母材を脱水処理する方法において、前記多孔質母材の先端が前記ヒータによる加熱ゾーンの入口付近にかかったところで前記多孔質母材の移動を一旦停止させ、予め定めた時間が経過した後移動を再開して該多孔質母材を前記加熱ゾーンの出口方向に向かって予め定めた速度で該加熱ゾーン内を通過させて、脱水処理を行なうことを特徴とする光ファイバ用多孔質母材の脱水処理方法。

【請求項 2】 前記多孔質母材の前記停止にかかる停止時間は、20 分以上、90 分以下であることを特徴とする請求項 1 に記載の光ファイバ用多孔質母材の脱水処理方法。

【請求項 3】 前記多孔質母材が前記ヒータによる加熱ゾーンの入口付近の停止箇所に至るまでの多孔質母材の移動速度を、前記多孔質母材が加熱ゾーンを通過する時の移動速度よりも早くしたことを特徴とする請求項 1 又は請求項 2 に記載の光ファイバ用多孔質母材の脱水処理方法。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、VAD 法等によって製造された光ファイバ用多孔質母材の脱水処理方法に関する。

## 【0002】

【従来の技術】四塩化珪素、四塩化ゲルマニウム等の原料ガスと燃料ガスとをバーナから供給し、気相反応によってガラス微粒子を生成し、それを種棒の先端又は種棒の周囲に堆積させてガラス微粒子堆積体からなる多孔質母材を形成する方法は、VAD 法、OVD 法等として広く行われている。この方法で製造される多孔質母材は、そのまま焼結して透明ガラス化しプリフォームとしたのでは、水酸基を含むため、そのプリフォームから線引きされた光ファイバは特定波長での伝送損失が大きくなる。従って、多孔質母材を塩素を含むヘリウムガス等の脱水雰囲気中で加熱して脱水処理を行い、その後焼結して透明ガラス化しプリフォームとするのが一般的である。

【0003】また、多孔質母材の脱水焼結工程では、炉心管とそれを周回するリング状のヒータを備えた加熱炉を使用し、炉心管内の加熱ゾーンに多孔質母材を一定速度で通過させて加熱を行い脱水、焼結処理を行なっている。また、多孔質母材は通常その径方向に屈折率分布を持っており、その屈折率分布はその多孔質母材から製造される光ファイバの仕様によって異なる。図 2 (A)

(B) (C) はそれぞれ、多孔質母材の径方向の屈折率分布の例を示すものであって、 $\Delta N \sim \Delta N_4$  はそれぞれ

比屈折率差である。

【0004】また、多孔質母材が脱水、焼結されてプリフォームになり、又プリフォームが線引きされて光ファイバになるが、その間これらの屈折率分布はそのまま維持されることが期待されている。ところが、多孔質母材を脱水焼結してプリフォームとした段階で、比屈折率差がプリフォームの長手方向に変化することがある。その原因は、屈折率調整用ドーパントとして添加されている二酸化ゲルマニウム等が脱水又は焼結時の加熱時にその一部が還元され一酸化ゲルマニウムガスとなって揮散し、その揮散の程度が多孔質母材の長手方向で均一でないためにプリフォームの比屈折率差が長手方向に変化するのであらうと考えられる。

【0005】そこでこのプリフォームの比屈折率差の長手方向の変化を少なくするため、脱水、焼結工程での加熱ゾーンに通過させる多孔質母材の速度あるいは加熱温度を多孔質母材の通過に合わせて変化させる方法（特開平 8-225337 号公報）、多孔質母材の形成時にその長手方向に屈折率調整用ドーパントの添加量を変化させて、多孔質母材の長手方向に比屈折率差の変化を予め与えておき、プリフォームとした段階で比屈折率差の長手方向の変化が打ち消されるようにする方法（特開平 5-193973 号公報）等の工夫が提案されている。

## 【0006】

【発明が解決しようとする課題】特開平 8-225337 号公報に記載された方法は、多孔質母材の脱水、焼結工程での加熱温度又は通過速度を変える方法であるが、多孔質母材の長手方向の温度履歴と屈折率調整用ドーパントの揮散程度の関係はかなり複雑であり、多孔質母材の温度履歴に合わせて、加熱ゾーンでの加熱温度または通過速度を屈折率調整用ドーパントの揮散が多孔質母材の長手方向に均一になるように制御することは、複雑な制御となり、現実問題として相当の困難性を伴う。

【0007】また、特開平 5-193973 号公報に記載された方法は、多孔質母材の形成時にその長手方向に屈折率調整用ドーパントの添加量を変化させる方法であるが、この方法は多孔質母材を製造する工程で、多孔質母材の長手方向で四塩化ゲルマニウム、四塩化珪素等の供給量を変化させる必要がある。しかし、その変化に伴い気相反応の反応温度の変化が起こり、多孔質母材の成長を不安定にし、多孔質母材の長手方向の均質性が失われることがある。

【0008】本発明は、以上のような従来技術による方法での問題点を解消し、屈折率調整用ドーパントの多孔質母材の長手方向での揮散のバラツキを許容限界以下に抑え、その多孔質母材から製造されるプリフォームの比屈折率差の変化を満足し得る限界以内になし得る光ファイバ用多孔質母材の脱水処理方法を提供するものである。

## 【0009】

10

20

30

40

50

【課題を解決するための手段】本発明の光ファイバ用多孔質母材の脱水処理方法は、炉心管とそれを周回するリング状のヒータを備えた加熱炉を使って前記ヒータによる前記炉心管内の加熱ゾーンに光ファイバ用多孔質母材を通過させて該多孔質母材を脱水処理する方法であって、前記多孔質母材の先端が前記ヒータによる加熱ゾーンの入口付近にかかったところで前記多孔質母材の移動を一旦停止させ、予め定めた時間が経過した後移動を再開して該多孔質母材を前記加熱ゾーンの出口方向に向かって予め定めた速度で該加熱ゾーン内を通過させて、脱水処理を行なうものである。

#### 【0010】

【発明の実施の形態】図1は、本発明の光ファイバ用多孔質母材の脱水処理方法に使用する加熱炉の主要部を示す図であって、図1(A)は多孔質母材を挿入開始する時点での断面図、図1(B)は多孔質母材の先端が加熱ゾーンの入口にかかって移動を停止し次に移動を再開する時点での断面図、図1(C)は多孔質母材の脱水処理が完了した時点での断面図を示す。図1において、1は多孔質母材、2は支持棒、3は炉心管、3aはガス供給口、3bはガス排出口、3cは上蓋、4はヒータ、5は加熱ゾーン、5aは加熱ゾーンの入口、5bは加熱ゾーンの出口である。

【0011】本発明の光ファイバ用多孔質母材の脱水処理方法では、石英、カーボン等からなる炉心管3を周回するように配置したリング状のヒータ4によって、炉心管3内を加熱し、その加熱ゾーン5に多孔質母材1を通過させて多孔質母材の脱水処理を行なう。それには、まずヒータ4によって加熱ゾーン5の温度が1000～1200℃程度になるように設定し、図1(A)に示すように支持棒2に多孔質母材1を支持させて、多孔質母材1を一定速度で降下させて、炉心管3の上部の上蓋3cを開いてその開口部から多孔質母材1を炉心管3内に挿入する。

【0012】なお、この時の降下速度は多孔質母材が加熱ゾーンを通過して降下する時の速度よりも早い速度とすることによって作業時間の短縮が図れる。この時の降下速度は100～800mm/分にすることが望ましい。100mm/分未満の速度では時間がかかりすぎる、800mm/分を超える速度では多孔質母材が振動を起こし易い、という問題がある。より好ましい降下速度は200～600mm/分であり、この範囲であれば多孔質母材の移動時に振動を発生させることもなく、素早く多孔質母材の加熱ゾーンの位置まで移動させることが出来る。

【0013】そして、多孔質母材1の先端が加熱ゾーン5の入口5a付近にかかったところで一旦多孔質母材の降下を停止させる。この停止時間は後述する理由で、20～90分とすることが望ましい。より好ましい停止時間は40～90分である。なお、多孔質母材1の先端が

加熱ゾーン5の入口5a即ち停止位置に到達する前に、多孔質母材1全体が炉心管3内に入るのをその時点で炉心管3は上蓋3cによって支持棒2が貫通する箇所を除いて閉じられる。所定の停止時間が経過した後、塩素を含むヘリウムガスをガス供給口3aから供給し、ガス排出口3bから排出して炉心管3内を塩素を含むヘリウムガスからなるガス雰囲気下にする。

【0014】そしてガス雰囲気はそのまま保ちつつ、支持棒2及び多孔質母材1を軸回りに回転させながら、多孔質母材1の移動を再開し、加熱ゾーン5の入口5aから出口5bの方向に向かって所定速度で降下させる。この時の降下速度は3～15mm/分とすることが望ましい。図1(B)は停止時間を経過して多孔質母材の移動を再開する時点での状態を示す。移動再開によって、多孔質母材1は加熱ゾーン5を通過している間にガス雰囲気下で加熱され、多孔質母材中の水酸基が除去される。そして多孔質母材の全長が加熱ゾーン5を通過すれば、図1(C)の状態になり多孔質母材の脱水処理が完了する。

【0015】脱水処理が完了した多孔質母材は、一旦炉心管の最上部に引き上げて、続いて焼結処理を行なう。焼結処理では、ヒータによる加熱温度を高めて加熱ゾーンの温度を1550～1650℃にする。また、雰囲気ガスをヘリウムガスに変更する。そして多孔質母材を軸回りに回転させながら所定速度で降下させて、加熱ゾーンを通過させる。また、この時の降下速度は3～15mm/分に設定される。この加熱によって多孔質母材のガラス微粒子積層体は焼結されて透明ガラス化し、プリフォームが形成される。

【0016】以上説明した本発明の光ファイバ用多孔質母材の脱水処理方法では、多孔質母材の先端がヒータによる加熱ゾーンの入口付近にかかったところで多孔質母材の移動を一旦予め定めた時間停止させるということにしているが、それが好ましい効果をもたらす理由について次に説明する。

【0017】リング状のヒータによる加熱の場合、多孔質母材の長手方向にそれぞれの部分での温度履歴が均一でない。即ち、多孔質母材の先端近傍は室温状態から加熱ゾーン加熱状態に入るので、加熱ゾーンに入ってから多孔質母材自体の温度が上昇するので多孔質母材自体の温度が周囲温度と同じになるまで時間がかかる。それに対し、多孔質母材の中間部は、加熱ゾーンに入る前にそれよりも先端側部分の加熱による伝達熱によって既にある程度の温度上昇が生じているので、周囲温度と同じになるまでの時間が短い。従って、多孔質母材の先端近傍と中間部ではその温度履歴が異なる。厳密に言えば、多孔質母材のそれぞれの位置で温度履歴が異なっている。そして、その温度履歴の差が屈折率調整用ドーパントの揮散の程度に影響をもたらす、プリフォームとなった時の比屈折率差の長手方向の変化によって現れるものと思

われる。

【0018】それゆえ、出来るだけ多孔質母材の長手方向で温度履歴に差が生じないようにすることが望ましい。多孔質母材の長手方向に温度履歴を出来るだけ同じにするためには、多孔質母材の先端近傍の温度を出来るだけ早く高温にするのが良いのではないかと考え、多孔質母材の先端がヒータによる加熱ゾーンの入口付近にかかったところで多孔質母材の移動を一旦停止して先端付近の温度を予め上昇させれば良いのではないかと考えた。

【0019】そこで、多孔質母材の脱水処理において、多孔質母材の先端がヒータによる加熱ゾーンの入口付近にかかったところで多孔質母材の降下を一旦停止させることとし、その停止時間を0分、40分、60分の3段階に変えてそれぞれプリフォームを製作し、各プリフォームの長手方向の比屈折率差を測定した。また、プリフォームの製作に当たっては、図2(B)の形の屈折率分布を持った外径140mm、長さ約350mmの多孔質母材を製作し、図1に示す加熱炉でもって脱水処理及び焼結処理を行ってプリフォームとした。

【0020】なお、脱水処理における加熱ゾーンの入口に多孔質母材が達するまでの降下速度は500mm/分とし、所定時間停止後の再開下降速度は8mm/分とした。また、脱水処理中の雰囲気ガスは3%の塩素を含むヘリウムガスとし、加熱ゾーンの温度は1100℃とした。また、焼結処理時の下降速度は8mm/分とし、焼結処理中の雰囲気ガスはヘリウムガスとした。

【0021】以上の条件で製作したそれぞれのプリフォームの長手方向の比屈折率差の分布は図3に示す通りであった。なお、プリフォームの先端から40mm位置まで、250mm位置から後端までは、プリフォームの形状が不完全な部分なので除外している。この結果から、比屈折率差 $\Delta N_1$ の変化量、即ち比屈折率差の最大値から最小値を差し引いた値は、停止時間0分の場合で0.072%、停止時間40分の場合で0.020%、停止時間60分の場合で0.009%であり、停止時間を長くすれば、プリフォーム長手方向の比屈折率差の変化量が少なくなることが分かった。

【0022】図4は、以上の測定結果から、プリフォームの比屈折率差 $\Delta N_1$ の変化量と停止時間との関係をグラフ化したものである。図4から、停止時間を20~90分にすれば比屈折率差の変化量を0.04%以下に、停止時間を40~90分にすれば比屈折率差の変化量を0.02%以下に出来ることが分かる。停止時間を設けない従来技術による方法では、比屈折率差の変化量は0.07%なので、比屈折率差を0.04%以下に出来れば、一応満足出来る水準となる。更に品質を良くするには0.02%以下になるように、停止時間を40~90分に設定すれば良い。

#### 【0023】

【発明の効果】本発明の光ファイバ用多孔質母材の脱水処理方法は、炉心管とそれを周回するリング状のヒータを備えた加熱炉を使って、多孔質母材の先端が前記ヒータによる加熱ゾーンの入口付近にかかったところで前記多孔質母材の移動を一旦停止させ、予め定めた時間が経過した後移動を再開して該多孔質母材を前記加熱ゾーンの出口方向に向かって予め定めた速度で該加熱ゾーン内を通過させて、脱水処理を行なうものである。停止時間中に多孔質母材の先端部近くが加熱され、多孔質母材の中間部と同様に十分な加熱を受けるので、屈折率調整用ドーパントの揮散の程度が多孔質母材の長手方向で均一化される。従って、プリフォームとなった時の長手方向の比屈折率差の変化量を少なくすることが出来る。

【0024】また、その停止時間は20~90分が望ましいが、更に好ましい範囲は40~90分である。また、多孔質母材の先端が加熱ゾーンの入口付近に至るまでの移動速度を多孔質母材が加熱ゾーンを通過する時の移動速度よりも早くすることが、全体の作業時間を短くする上で望ましいが、多孔質母材の移動による振動等の悪影響を考慮すると、100~800mm/分にするのが良い。より好ましい範囲は200~600mm/分である。

#### 【図面の簡単な説明】

【図1】本発明の光ファイバ用多孔質母材の脱水処理方法に使用する加熱炉の主要部を示す図であって、(A)は多孔質母材を挿入開始する時点での断面図、(B)は多孔質母材の先端が加熱ゾーンの入口にかかって停止し移動を再開する時点での断面図、(C)は多孔質母材の脱水処理が完了した時点での断面図である。

【図2】(A)(B)(C)はそれぞれ、多孔質母材の径方向の屈折率分布の例を示すものである。

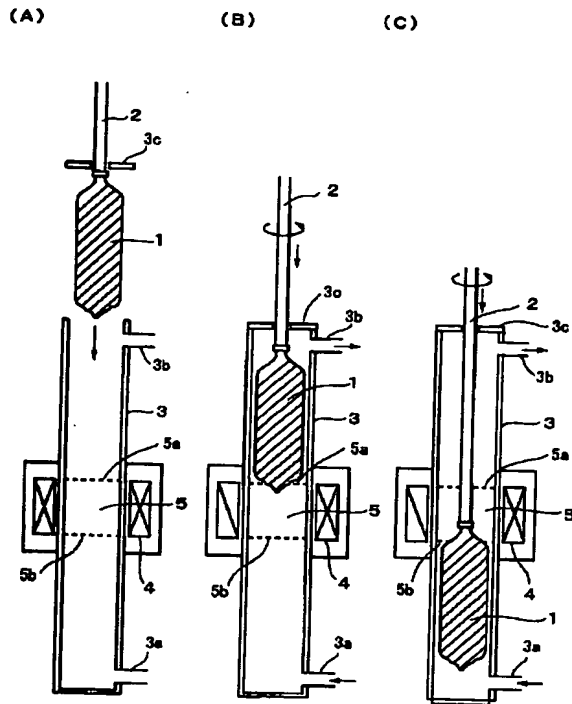
【図3】停止時間を変えたときの、それぞれのプリフォームの長手方向の比屈折率差の分布を示すグラフである。

【図4】プリフォームの比屈折率差 $\Delta N_1$ の変化量と停止時間との関係を示すグラフである。

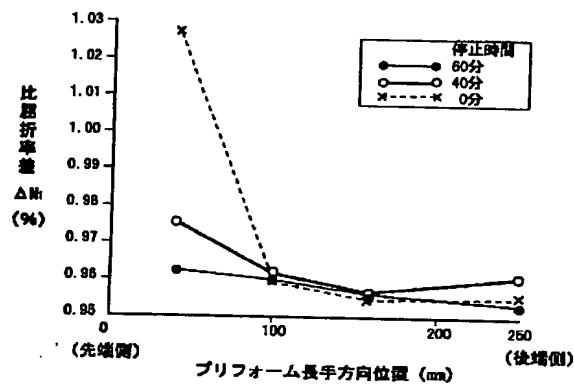
#### 【符号の説明】

- 1：多孔質母材
- 2：支持棒
- 3：炉心管
- 3a：ガス供給口
- 3b：ガス排出口
- 3c：上蓋
- 4：ヒータ
- 5：加熱ゾーン
- 5a：加熱ゾーンの入口
- 5b：加熱ゾーンの出口

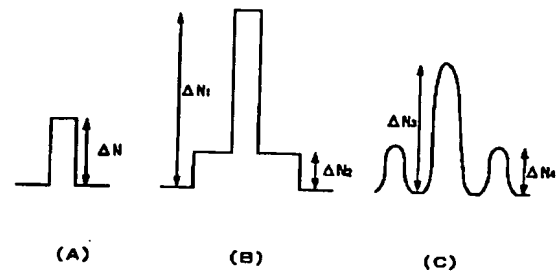
【図1】



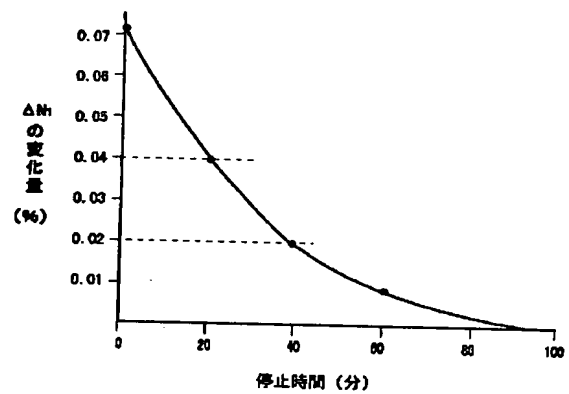
【図3】



【図2】



【図4】



フロントページの続き

(72) 発明者 米田 美智文  
神奈川県横浜市栄区田谷町1番地 住友電  
気工業株式会社横浜製作所内

(72) 発明者 弾塚 俊雄  
神奈川県横浜市栄区田谷町1番地 住友電  
気工業株式会社横浜製作所内  
Fターム(参考) 4G021 CA11